

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

CLIPPEDIMAGE= JP363292601A

PAT-NO: JP363292601A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 63292601 A

TITLE: RARE EARTH PERMANENT MAGNET

PUBN-DATE: November 29, 1988

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

OZAKI, RYUICHI

INT-CL (IPC): H01F001/04;C22C038/00 ;C22C038/14

US-CL-CURRENT: 148/302

ABSTRACT:

PURPOSE: To cheaply obtain a rare earth permanent magnet having high magnetic performance, by adding Zr in the low rare earth region of an R-Fe-B magnet.

CONSTITUTION: An Nd-Fe-B magnet, which provides a value of coefficient X, Y, Z to be formed from the following range:  $0.08 \leq X \leq 0.15$ ,  $0.02 \leq Y \leq 0.12$ ,  $0.01 \leq Z \leq 0.15$  when the composition is shown by atomic ratio in  $RXFe_{1-X}Y_Z$  (where R is at least one of the rare earth elements including Y), obtains high  $iH_c$  with no problem in use even in a low rare earth region of ratio less than 15at.%. Accordingly, the cost down can be attained by using less quantity of the rare earth element the most expensive in material cost among the magnets.

COPYRIGHT: (C)1988, JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-292601

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>H 01 F 1/04  
C 22 C 38/00  
38/14

識別記号

3 0 3

庁内整理番号

H-7354-5E  
D-6813-4K

⑭ 公開 昭和63年(1988)11月29日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 希土類永久磁石

⑯ 特 願 昭62-128716

⑰ 出 願 昭62(1987)5月26日

⑱ 発 明 者 尾 崎 隆 一 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

⑲ 出 願 人 セイコーエプソン株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 最 上 務 外1名

RE 8-15  
B 2-12  
Z-0.0-15

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

希土類永久磁石

## 2. 特許請求の範囲

原子比で、 $R_x Fe_{1-x-y-z} B_y Z_r$  (但し、RはYを含む希土類元素の少なくとも1種)と表したとき係数X、Y、Zの値が次の範囲

$$0.08 \leq X \leq 0.15$$

$$0.02 \leq Y \leq 0.12$$

$$0.01 \leq Z \leq 0.15$$

から成ることを特徴とする希土類永久磁石。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は希土類元素(R)、鉄(Fe)、ホウ素(B)およびジルコニウム(Zr)を主成分とする希土類永久磁石に関する。

(従来の技術)

近年、情報関連機器や一般家電製品の軽量小型化及び高性能化に伴い、高い磁気特性を有する永久磁石の需要が大幅に増加してきた。サマリウム(Sm)とコバルト(Co)を主成分とするSm-Co系磁石はこの様な製品の軽量小型化の波に乗り、その生産量を大幅に伸ばしてきた。しかしながら、Sm-Co系磁石の大幅な増加は、一方で主成分であるSm、Coの資源問題を浮び上がらせる結果となった。

一方、佐川等によって発表されたネオジウム(Nd)-Fe-B磁石は、従来のSm-Co系磁石を凌ぐ35(MGOe)以上の最大エネルギー積(以下(BH)maxと略す)を有しており、かつ希土類元素に磁石中の含有量がSmの5~10倍有るNdを用い、主成分が安価なFeから成っていることから高性能・低コスト磁石として現在最も注目されている。(M. Sagawa, S. Fujiwara, M. Togawa, H. Yamamoto, and Y. Matsuura, J. Appl. Phys. 55, 208

3, 1984)

(発明が解決しようとする問題点)

このNd-Fe-B系磁石は約-6000(p.p.m./°C)と言う高い保磁力(iHc)の温度係数を有しているため、高温下でのiHcの減少が実際の用途に於ては極めて重要な問題になってくる。このiHcの温度係数を低くする試みが続けられているものの現在の段階では成功しておらず、このためiHcを大きくする方向に研究が進んできている。

Nd-Fe-B磁石においてiHcを増す方法としてNd(一般的には希土類成分R)の量を増加させる、Ndの1部をテルビウム(Tb)やジスプロシウム(Dy)等の重希土元素で置換する、或いは鉄の1部をチタン(Ti)、ハフニウム(Hf)、ニオブ(Nb)、Zr等で置換することが考えられる。(特開昭59-89401号公報参照)。しかしながらこの様な方法はiHcの増加に伴う残留磁束密度(Br)の大幅な低下あるいは原料費の増大等の問題点を有している。

3

はあまり見られず、12at%以上ではiHcは増加するもののBrの低下が激しく(BH)maxも低下してくるためZrの添加量は1~12at%が望ましい。また希土類元素(R)の量は15at%以上ではZr添加によりiHcは若干増加するもののBrは連続的に低下してくるためZr添加のメリットは無く、8at%未満の場合はZr添加にも拘らずiHc、Brとも低下するためRの量は8~15at%の範囲が好ましい。Bの量についても2at%以下ではiHc、Br共に低く実用には適しておらず、12at%以上ではBrが大幅に低下するため2~12at%の範囲が望ましいと言える。

Zrの添加により従来のNd-Fe-B磁石より低希土領域で高い磁気性能を得ることが可能になるということは、磁石中最も原料コストが高い希土類元素の量が少なくなり一層の低コスト化が可能になることを示している。

またZr添加により鋳造インゴットの粉碎性が向上し、特に粗粉碎の処理量は従来のNd-Fe

本発明はかかる問題点を解決するものであり、その目的とするところは高い磁気性能を有する低コスト希土類永久磁石を供給するところにある。(問題点を解決するための手段)

本発明の希土類永久磁石は、原子比で $R_xFe_{1-x-y-z}B_yZr_z$ (但しRはYを含む希土類元素の少なくとも一種)と表したとき係数X、Y、Zの値が次の範囲

$$0.08 \leq X \leq 0.15$$

$$0.02 \leq Y \leq 0.12$$

$$0.01 \leq Z \leq 0.15$$

から成ることを特徴とする。

従来のNd-Fe-B磁石は、Ndの量が15at%未満ではiHcが極端に低下するため、実際には15at%以上のNdを含んでいる。しかしながらZrを添加することにより、これまで実用材料として考えられていなかった15at%未満の低希土領域においても、使用上問題の無い高iHcが得られることが判った。

Zrの添加量は1at%未満ではiHcの増加

4

-B磁石にくらべて数倍上回っており、磁石製造工程の中で最も問題のあった粉碎工程が大幅に改善される。さらに希土類元素の量が減ったことにより磁石粉末の酸化による磁石製造中の粉末の発火・爆発等の危険が減少し、粉末の取扱いが容易になった。

本発明の希土類永久磁石に用いられる希土類元素(R)は、イットリウム(Y)、ランタン(La)、セリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、Nd、Sm、ユーロピウム(Eu)、Tb、ガドリウム(Gd)、Dy、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)、イッテルビウム(Yb)そしてルテチウム(Lu)の少なくとも一種であり、混合希土のジジム(Pr-Nd合金)、セリウムジジム(Ce-Pr-Nd合金)なども分離希土にくらべ低コストであり好ましいと言える。またBやZrはフェロボロンやフェロジルコニウムを用いることにより一層の低コスト化も可能になる。

つぎに、本発明について実施例に基づき詳細に

5

6

説明する。

〔実施例1〕

第1表に示す組成の合金を、アルゴンガス中低周波溶解炉で溶解し鋳造インゴットを作成する。この鋳造インゴットをスタンプミルで32メッシュ以下に粉碎し、さらに有機溶媒中ボールミルで微粉碎を行い、平均粒子径が約4.0( $\mu\text{m}$ )の微粉末を作成する。この粉末に成形助剤として有機バインダーを添加し混練した後、15(KOe)の磁場中でプレス成形する。成形体は高温真空下で脱ワックス処理を行い、その後アルゴン雰囲気下1040~1140( $^{\circ}\text{C}$ )の範囲の適当な温度で2時間焼結を行う。

第1表

試料No.	組成式
1	Ce...Pr...Nd... Fe...Zr...B...
2	Nd...Dy...Fe... Zr...B...
3	Ce...Pr...Nd... Dy...Fe...Zr...B...
比較例	Nd...Fe...B...

得られた焼結体の磁気性能を、B-Hトレーサーで測定し結果を第2表に示す。比較例の磁石と比べて本発明の希土類永久磁石は、従来では性能が得られなかった低希土例の組成でも高い磁気性能を示していることが判る。

第2表

試料No.	Br (KG)	iHc (KOe)	bHc (KOe)	(BH) max (MGOe)
1	11.8	9.7	8.9	32.6
2	12.6	11.8	10.5	35.2
3	12.0	10.3	9.4	33.5
比較例	12.3	3.3	2.9	9.6

〔実施例2〕

Ce...Pr...Nd...Dy...Fe...B...Zr:で表される組成において、Zの値を0から0.18まで変えた合金を作成し、実施例1と同じ方法で永久磁石を作り、得られた磁石の磁気性能を第1図に示す。

Zの値が0.01未満では、iHcが低すぎて実用上問題がある。一方0.15以上ではBrの値が極端に低下するため好ましくなく、Zの値は0.01~0.15の値が望ましい。

〔実施例3〕

8

$\text{Nd}_x\text{Fe}_{1-x}\text{B}_{0.04}\text{Zr}_{0.20}$ で表される組成においてXの値を0.04から0.20まで変えた合金を作成し、実施例1と同じ方法で永久磁石を得る。これらの磁石の磁気性能を第2図に示す。

Xの値は0.08未満では、Br、iHcとも低く好ましくない、また0.15以上ではiHcは増加していくがBrの低下が著しく好ましくない。このように希土類成分の量は原子比で0.08~0.15の範囲が望ましいと言える。

〔実施例4〕

Ce...Pr...Nd...Dy...Fe...B<sub>Y</sub>Zr...で表される組成において、Yの値を0から0.15まで変化させた合金を作成し、実施例1と同じ方法で永久磁石を得る。これらの永久磁石の磁気特性を第3図に示す。

Yの値は0.02未満のときBr、iHcともに低く好ましくなく、0.12以上ではiHcが増加するもののBrが大きく低下しており好まし

いとは言えない。このためBの値は原子比で0.02~0.12の範囲が望ましいと言える。

(実施例5)

Nd... , Fe... , B... , Zr... , 及びNd... , Fe... , B... , からなる合金の鍛造インゴットについて粗粉碎の実験を行った。使用した装置はジョークラッシャーで、粉碎はN<sub>2</sub>ガス雰囲気下で行われた。ジョークラッシャーに投入されるインゴットの大きさは各々1辺が2~3cmの角状からなっている。第3表は各インゴットをジョークラッシャーで24メッシュ以下の粗い粉末を1.0kg作るのに必要な時間を示す。

第3表

	組 成	処理時間(時間)
本発明	Nd... , Fe... , B... , Zr...	0.25
比較例	Nd... , Fe... , B... ,	1.5

比較例の従来のR-Fe-B系磁石合金は極めて粉碎性が悪いため、粉碎機にかかる負荷が大きくなり故障の原因になったり、また粉碎時間も長くなる等の問題点を有していたが、本発明の磁石合金は粉碎性に優れており粉碎作業の効率を大幅に改善すると言える。

(発明の効果)

以上説明してきたように、本発明の希土類永久磁石はR-Fe-B系磁石の希土類成分が6~15at%の低希土領域において、Zrを添加することにより実用上十分なiHcを得ることが可能になり、かつ従来見られたZr添加に伴うBrの減少を抑え極めて高い磁気性能を有すると言う効果とともに、従来のR-Fe-B系磁石に比べ含まれる希土類成分の量が少ないことから低コスト化が可能となり、さらに磁石製造時の作業性に優れていると言う効果を有するものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の希土類永久磁石に於て、Z

11

rの量に対する磁石のBrとiHcの関係を示す図。

第2図は本発明の希土類永久磁石に於て、希土類成分(この場合Nd)の量に対する磁石のBrとiHcの関係を示す図。

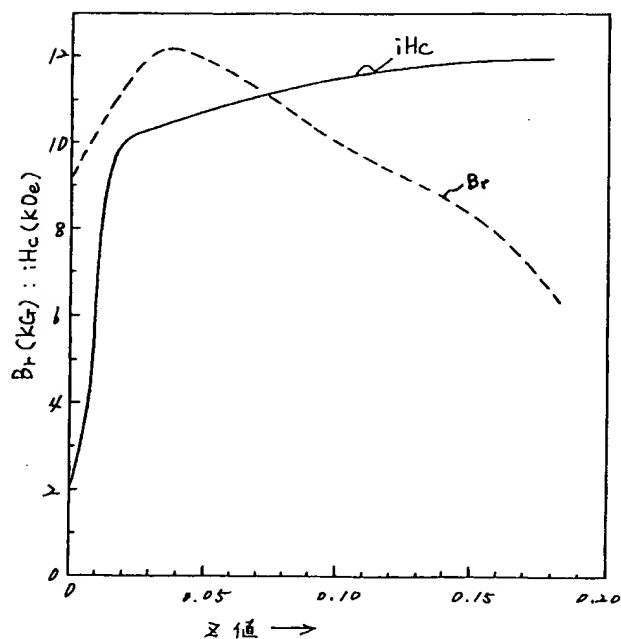
第3図は本発明の希土類永久磁石に於て、Bの量に対する磁石のBrとiHcの関係を示す図。

以 上

出願人 セイコーエプソン株式会社  
代理人 弁理士 最 上 務 他1名

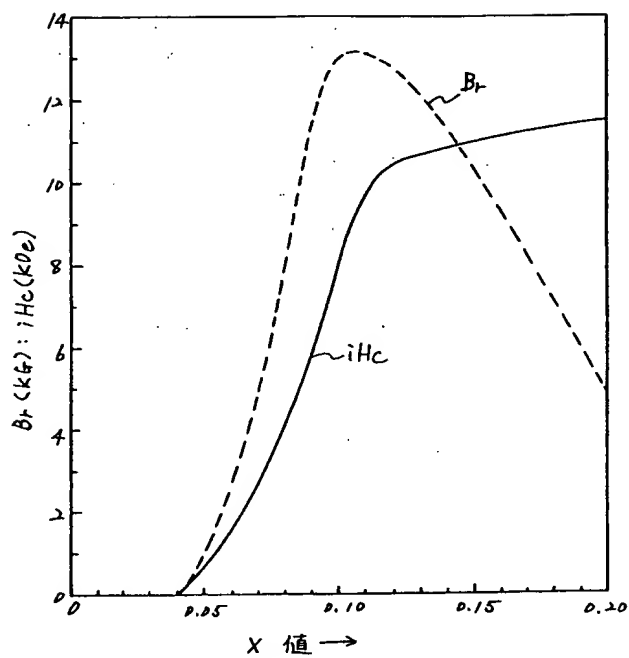


12

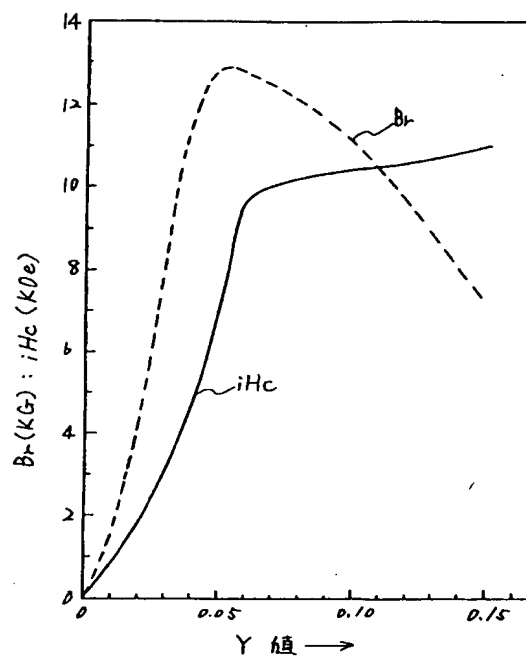


第1図

13



第 2 図



第 3 図